공고특허특1995-0004780

# (19)대한민국특허청(KR) (12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl. <sup>6</sup> C23C 14/26 (45) 공고일자 1995년05월10일

(11) 공고번호 특1995-0004780

(24) 등록일자

(21) 출원번호

특1992-0026476

(65) 공개번호

특1994-0014884

(22) 출원일자

1992년12월30일

(43) 공개일자

1994년07월19일

(73) 특허권자

포항종합제철주식회사 김만제 경상북도 포항시 괴동동 1번지

재단법인산업과학기술연구소 신창식 경상북도 포항시 효자동 산 32번지

(72) 발명자

정재인

경상북도 포항시 효자동 산 32번지 재단법인 산업과학기술연구소내

문종호

경상북도 포항시 효자동 산 32번지 재단법인 산업과학기술연구소내

이영박

경상북도 포항시 효자동 산 32번지 재단법인 산업과학기술연구소내

(74) 대리인

전준항

심사관: 서병령 (책자공보 제3966호)

(54) 알루미늄 증발용 보우트의 제조방법

요약

내용 없음.

대표도

도1

### 명세서

[발명의 명칭]알루미늄 증발용 보우트의 제조방법[도면의 간단한 설명]제1도는 본 발명에 따라 제조된 <mark>알루미늄 증발용</mark> 보우트의 일례를 나타내는 사시도.

\* 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명10 : 증발용 보우트 11 : 증발부위20 : 질화붕소피복총[발명의 상세한 설명]본 발명은 알루미늄을 증발시키기 위한 알루미늄 증발용 보우트를 제조하는 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 비정질 탄소 또는 흑연재의 증발용 보우트에 질화붕소를 피복시킨 알루미늄 증발용 보우트의 제조방법에 관한 것이다.

저항가열(전류를 직접 흘려 가열시킴)에 의한 물질의 증발에는 텅스텐이나 몰리브덴, 탄탈륨 등과 같은 내화금속과 비정질 탄소나 흑연 또는 TiB<sub>2</sub> BN 등의 재료 등이 코일이나 보우트 또는 도가니 형태로 사용되고 있다.

이들을 이용하면 융점이 낮은 금속의 경우는 비교적 용이하게 증발이 가능하며 높은 순도를 가진 피막을 형성할 수 있다. 그중에서 알루미늄 코팅은 색상이 미려하고 대기중에서 부식에 의한 색상 변화가 다른 금속에 비해 양호하기 때문에, 화장품 케이스나 악세사리 등의 장식용 코팅은 물론 반도체의 도전막, 자성재료나 강판의 보호피막 등에 매우 폭넓게 이용되고 있다. 또한 알루미늄은 그 자체의 제 특성(밀도가 낮고, 가공성, 내식성 및 열전도성이 우수)으로 인하여 산업상 응용분야가 매우 다양하다. 최근들어 우주개발이나 항공산업이 크게 발달하면서 각종 소재에 알루미늄을 피막처리함으로서 내식성및 기계적 성질을 우수하게 하는 연구가 활발히 진행되고 있다. 예로서 McDonnell Douglas 회사에서는 비행기에 사용되는 각종 부품에 알루미늄을 코팅하여 내부식 및 내마모 재료로 사용하고 있다. 한편 독일에서는 강판상에 알루미늄을 진공증착하여 용기용및 가전제품에 사용하고 있는 등, 그 응용은 헤아릴 수 없다. 그러나 알루미늄은 융점이 낮은 반면 증기화되는 온도가 높을뿐만 아니라 대부분의 내화물 금속과 반응하기 때문에 증발시키기가 매우 까다로운 물질중의 하나이다. 따라서 지금까지는 알루미늄과 반응이 적은 TiB

<sub>2</sub> BN 보우트를 사용하거나(일본특개소 56-156761), 텅스텐선을 이용한 한시적 증발법을 이용하고 있다. 그러나 TiB2 BN 보우트는 가격이 비싸고(텅스텐이나 흑연 보우트의 약 50-100배) 기본적으로 보우트 전면이 젖은 상태에서 증발이 되기 때문에, 증발물질의 손실을 초래함은 물론 증발물의 양에 따라 증발율이 현저하게 변화하는 등의 단점이 있다. 텅스텐선율 이용하는 경우는 수명이 최고 2-3회로 짧고 증발율의 조절이 어려우며, 최대증착두께가 수천 Å정도에 그치는 등의 많은 문제점이 있다.

비정질 탄소나 흑연 보우트룹 증발원으로 이용하는 경우는 약 800℃ 이상이 되면 Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>의 탄화물이 형성되어 보투트가 파손되어 사용할 수 없게 된다. 일본 특개소 58~77572에서는 이들 문제점을 해결하기 위해 증발되는 크루시블과 가열부분을 전기적 절연체로 분리하여 사용하는 방법을 제시하고 있으나, 이는 기본적으로 가열부분과 증발 부위의 온도차로 인해 증발율에 제한이 있게 되며 가열원이 복잡해지는 단점이 있게 된다.

본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여 제안된 것으로서 보우트 재질로서 비정질 탄소 또는 흑연을 이용하고 증발 부위에 질화붕소를 코팅처리하므로서 증발원과 증발물질이 접촉되지 않도록하여 알루미늄 증발시 불순물의 혼입이 적고, 수명도 긴 알루미늄 증발용 보우트를 경제적으로 제조할 수 있는 방법을 제공하고자 하는데, 그 목적이 있다.

이하, 본 발명에 대하여 설명한다.

본 발명은 밀도가 1.4g/cm

<sup>3</sup> 이상이 되는 비정질 탄소 또는 혹연을 재질로하여 통상의 증발용 보우트와 같이 형성화한 다음, 증발용 보우트의 증발부 위에 0.1mm 이상의 질화붕소피복층을 형성시켜 알루미늄 증발용 보우트를 제조하는 방법에 관한 것이다.

이하, 본 발명에 대하여 상세히 설명한다.

우선, 밀도가 1.4g/cm

<sup>3</sup> 이상이 되는 비정질 탄소나 흑연을 재질로하여, 제1도에 나타난 바와같이, 통상적인 증발용 보우트(10) 형상으로 가공한 다.

다음에, 가공된 증발용 보우트(10)의 증발부위(11)상에 분말액 상태의 질화붕소를 0.01mm 이상의 두께로 고르게 분산시 킨 후 충분히 건조시킴으로써, 두께가 0.01mm 이상인 질화붕소 피복(코팅)층을 상기 증발부위에 형성시키게 된다. 이때, 질화붕소의 피복처리는 분말상태의 질화붕소를 보우트상에 직접 분사함에 의하여 행해지는 것이 바람직하다.

상기한 비정질 탄소나 흑연의 밀도는 1.4g/cm

<sup>3</sup> 이상으로 제한하는 것이 바람직한데, 그 이유는 밀도가 낮을 경우에는 불순물이 많이 포함되고 보우트에 기공 등이 존재 하여 증발이 일정하게 되지 않으며 피막 또한 열등한 특성을 나타내기 때문이다.

또한, 상기한 질화붕소의 코팅두께는 0.01mm 이상으로 제한하는 것이 바람직한데, 그 이유는 질화붕소의 코팅두께가 0.01mm 이하인 경우 비정질 탄소 혹은 흑연을 충분히 보호하지 못하여 증발원의 수명이 짧아지기 때문이다.

알루미늄 증발시에는 상기와 같이 제조된 알루미늄 증발용 보우트를 증착기 넣고 알루미늄을 넣은 다음 10<sup>-4</sup>Torr 이하로 배기한 후 알루미늄을 증발시킨다. 증발 초기에는 질화붕소와 알루미늄 및 보우트에서 방출되는 불순물 등으로 인하여 많은 개스가 나오므로 충분히 탈개스할 필요가 있다. 탈개스가 끝나면, 전력을 높여 알루미늄을 녹이게 되는데, 우선 한두번 증발시켜 알루미늄과 질화붕소가 반응된 안정된 피막을 형성시키는 단계가 필요하다.

이 단계가 끝나면, 본격적으로 알루미늄을 증착할 수 있는 단계가 있는데, 이때가 되면 알루미늄은 더이상 비정질 탄소나 흑연과 반응하지 않고, 용융된 상태에서 원활히 증발하게 된다.

이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명하다.

[실시예]하기 표 1과 같은 재질을 사용하여 증발용 보우트를 제작하고, 이 증발용 보우트의 증발부위에 하기 표 1과 같은 코팅 두께로 질화붕소를 코팅시킨 후 건조시켜 증발용 보우트를 제작하였다.

다음과 같이 제조한 각각의 증발용 보우트를 증착기에 넣은 후 알루미늄을 증발용 보우트에 장입하여 알루미늄을 증발시켜 하기 표 1과 같은 피막두께로 강판상에 알루미늄을 증착시킨 다음, 각각에 대하여 증발상태, 외관 및 불순물 혼입 정도를 관찰하고, 그 관찰결과를 하기 표1에 나타내었다.

하기 표 1에서 증발상태는 증발시 증발원 내부를 시창으로 관찰하여 파악한 것으로서, 알루미늄이 용융상태로 증발되는 것과 알루미늄이 증발원 전면에 퍼져서 증발되는 젖음 상태로 구분되며, 외관은 강판상에 알루미늄을 증착한 후 육안으로 관찰한 것이며, 불순물 혼입 정도는 오제 전자분광분석을 이용하여 TiB<sub>2</sub> BN 보우트로 증발시켜 증착한 알루미늄 피막과 비교하여 그 정도를 표시한 것이다.

[丑1]

신시에 No	보우트 개길	질화분소 크팅누예 (mm)	증 <b>반상태</b>	일루미늄 피막두예 (μm)	오관	불순물 혼임 정도
박명예 · l	비정질 탄소	0.1	용용	2	금속성	<u>ፉ</u>
반명예 2	비정실 탄소	0.3	. <del>용용</del>	1.5	급속성	소.
반명에 3	<b>\$-</b> 0!	0.05	용용	2	금속성	<b>4</b>
반명예 4	추어	0.2	<del>\$</del> .₽	1.5	금속성	<b>*</b>
ામળી 1	비정질 탄소	0.005	젖유	1	회 색	₹
ul stoll 2	કું.વૃ	0.005	짓 음	1 .	회색	₹
ાં <u>ગ</u> ુલા 3	कें लं	. –	보우트가 최손됨	0.3	검은회색	<del>2</del>

상기 표 1에 나타난 바와같이, 본 발명에 부합되는 발명예(1-4)의 경우에는 알루미늄이 용융상태로 <mark>증발되며, 피막 또는</mark> 불순물이 포함되지 않은 순수 금속성의 색상을 나타냄을 알 수 있다.

반면에 비정질 탄소 또는 흑연을 증발원으로 하되 그 위에 질화붕소를 각각 0.005mm 피복하여 증발시킨 경우 [비교예 (1-2)]에는 질화붕소가 너무 얇게 코팅되어 알루미늄이 젖음 상태로 증발되며, 코팅하지 않은 증발원의 경우 [비교예(3)]에는 보우트가 파손되어 증발원으로 사용하기에 부적합함을 알 수 있다.

상술한 바와같이, 본 발명은 저렴한 비정질 탄소나 흑연을 산업상 응용분야가 다양한 알루미늄 피막을 불순물이 포함되지 않게 장기간 증발시키는데 용이하게 이용할 수 있는 효과가 있는 것이다.

## (57)청구의 범위

#### 청구항1

밀도가 1.4g/cm

<sup>3</sup> 이상이 되는 비정질 탄소 또는 흑연을 재질로하여 통상의 증발용 보우트와 같이 형상화 한 다음, 상기 증발용 보우트의 증발부위에 0.01mm 이상의 질화붕소 피복층을 형성시킴을 특징으로 하는 알루미늄 증발용 보우트의 제조방법.

## 청구항2

제1항에 있어서, 질화붕소 피복층이 분말액 상태의 질화붕소를 증발용 보우트의 증발부위상에 직접 분사함으로써 형성됨을 특징으로 하는 알루미늄 증발용 보우트의 제조방법.

도면

도면1

